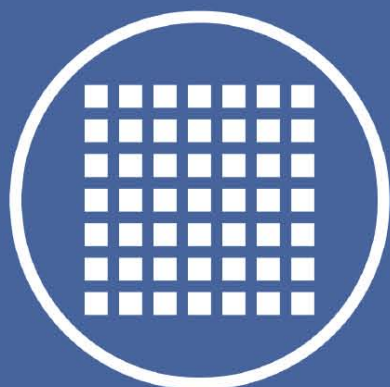


Instituto Nacional
de Tecnología Industrial

Centro de Desarrollo e Investigación
en Física y Metrología



INTI



Procedimiento específico: PEC09

CALIBRACIÓN DE TERMOCUPLAS POR COMPARACIÓN

Revisión: Agosto 2015

PEC09 Lista de enmiendas: Agosto 2015


[illegible]

PEC09 Índice: Agosto 2015

NOMBRE DEL CAPÍTULO	REVISIÓN
Página titular	Agosto 2015
Lista de enmiendas	Agosto 2015
Índice	Agosto 2015
Calibración de termocuplas por comparación	Agosto 2015

PREPARADO POR


FIRMA Y SELLO



TCC. MARIANO LISTE
U. T. CALOR
FISICA Y METROLOGIA
INTI

REVISADO POR

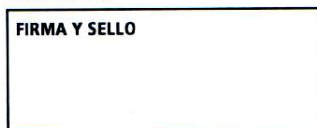
FIRMA Y SELLO



Lic. JAVIER GARCIA SKABAR
COORD. U.T. CALOR
FISICA Y METROLOGIA
INTI


REVISADO POR

FIRMA Y SELLO



REVISADO POR

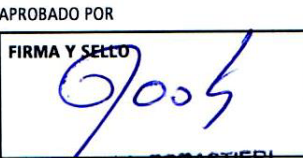
FIRMA Y SELLO



ING. PATRICIA VARELA
COORD. CALIDAD Y ADMINISTRACION
INTI - FISICA Y METROLOGIA

APROBADO POR

FIRMA Y SELLO



Ing. JUAN A. FORASTIERI
DIRECTOR TECNICO
INTI - FISICA Y METROLOGIA

PEC09 : Agosto 2015

1. Objetivo

- Establecer los métodos para realizar la calibración de termocuplas.
- Determinar una tabla de calibración, donde se evaluará el valor de fuerza electromotriz generada por la termocupla a calibrar en función de la temperatura y su incertidumbre.

2. Alcance

Este procedimiento afecta a todo tipo de termocuplas con o sin cables de compensación o extensión, con las siguientes características:

- De inmersión
- Longitud mínima 400 mm
- Diámetro máximo 8 mm

Además, se calibrarán en los valores de temperatura seleccionados (tres como mínimo), y en el rango comprendido entre 300°C y 1100°C según la siguiente tabla, que se muestra a continuación:

Tipo de termopar	Rango/ °C	U (k=2)/ °C
J	300 a 1100	0,1 °C+0,001*t
K		
E		
N		
T	300 a 400	
B	300 a 1100	0,2 °C +0,0005*t
S		
R		

3. Definiciones y abreviaturas

3.1. Medición: Se considerará a un grupo de cuatro barridas (lecturas) de cada canal del scanner (o cada sensor a medir).

3.2. Junta Fría: Unión del termopar que está a una temperatura conocida, normalmente 0 °C, y que sirve como referencia de temperatura.

4. Documentación de referencia

4.1. ITS90. "International Temperature Scale of 1990", Metrología, 27, 3-10,1990.

4.2. Low Level Measurements, J.F. Keithley, J. R. Yeager, R.J. Erdman, 2013.

4.3. NIST Monograph 175 (ITS90).

4.4. "Calibration of Thermocouples", EURAMET cg-8, version 2.1.

4.5. Handbook of Temperature Measurement Vol. 3: The Theory and Practice of Thermoelectric Thermometry, Robin E. Bentley.

5. Responsabilidades**5.1. Del Coordinador de la Unidad Técnica Calor**

Supervisar la realización de las calibraciones. Verificar que se cumplan los procedimientos y revisar los resultados.

PEC09 : Agosto 2015

5.2. Del personal del laboratorio

Realizar las calibraciones aplicando el presente procedimiento. Procesar los datos correspondientes y emitir el certificado.

6. Instrumentos de referencia

- 6.1. Termocuplas patrones tipo S con junta fría en 0 °C, rango de trabajo 0 °C a 1150 °C. Identificadas como SELECTRO09 y SELECTRO12.
- 6.2. Juntas frías de referencia identificadas como JFE1 y 2, JFJ1 y 2, JFK1 y 2, JFS 1 y 2, JFT1 y 2.
- 6.3. Horno, marca FLUKE, modelo 9112B, thermocouple calibration furnace, número de serie BOC111, HART SCIENTIFIC, rango de trabajo 300 °C a 1100 °C.
- 6.4. Horno calibrador marca AΣL, modelo B1100.
- 6.5. Bloques ecualizadores de plata, cobre niquelado, acero inoxidable.
- 6.6. Nanovoltímetro digital (multímetro) marca Hewlett Packard, modelo HP 34420A, rango de trabajo: 0 mV a 100 mV y 0 mV a 1 V.
- 6.7. Scanner marca Keithley, modelo 705, con plaqueta marca Keithley, modelo 7059.
- 6.8. Computadora personal.
- 6.9. Programa 2CALITER

7. Condiciones Ambientales

La temperatura del laboratorio deberá estar comprendida en: $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ y la humedad relativa ambiente menor que 80 %hr.

8. Instrucciones para la calibración

Al efectuar la calibración se deben tener en cuenta las siguientes condiciones:

- 8.1. Se introducirá un bloque ecualizador en el horno de calibración que se utilizará durante la calibración. La elección del bloque dependerá del criterio del personal técnico del laboratorio, estará en función de la exactitud, rango y características de la calibración. Una vez instalado el bloque, en el centro del horno se insertan las termocuplas patrones, y las termocuplas a calibrar a la misma profundidad.
- 8.2. Si la termocupla a calibrar no posee junta fría de referencia, se utilizará la que dispone el laboratorio.
- 8.3. Se colocan las juntas frías en el baño de hielo, realizado según el procedimiento PEC01.
- 8.4. Se selecciona utilizando el controlador del horno, la temperatura máxima de calibración.
- 8.5. Para la calibración se utiliza el programa 2CALITER, que se inicia ingresando todos los datos solicitados de los patrones y equipos que se utilizarán.
- 8.6. Una vez estabilizada la temperatura del horno, se selecciona la opción "medir" del programa. Se realizan por lo menos dos mediciones. En función de las desviaciones estándar de la temperatura del horno y de la exactitud requerida en la calibración, el personal técnico decidirá si las mediciones realizadas son aceptables o no, para ser archivadas.
- 8.7. Luego se procede a disminuir su temperatura hasta el siguiente valor de calibración solicitado.
- 8.8. Se repite el ítem 8.6. hasta llegar al valor mínimo de temperatura a calibrar.
- 8.9. Se repite lo indicado en los ítems 8.4 a 8.8.
- 8.10. Una vez que se cuenta con los valores medidos y los resultados de los cálculos realizados por el programa, se guarda la información de la calibración, en tres archivos que se detallan a continuación:
 - "*.ent": contiene información acerca del instrumento a calibrar, los patrones utilizados y los canales en los que se encuentran conectados.
 - "*.gra": contiene los resultados de cada medición.
 - "*.sal": contiene todos los datos obtenidos durante la calibración.

9. Tratamiento de datos

Se obtendrán de los archivos "*.gra", los promedios para cada valor de calibración solicitado. Estos datos se transfieren directamente a la planilla de cálculo "PEC09U_tipo_xlsm".

PEC09 : Agosto 2015

10. Modelo de medición e incertidumbres

Se determina el valor de fuerza electromotriz generada sobre los terminales de la termocupla, la **fem medida** (F_x), **mediante la siguiente expresión:**

$$F_x = F_{tr} + \delta 1 + \delta 2 + \delta 3 + \delta 4 + \delta 5 + \delta 6 + \delta 7 + \delta 8 + C_x + \delta 9 + \delta 10 + \delta 11 + \delta 12 + \delta 13 \quad (1)$$

Donde:

$U(F_x)$ es la incertidumbre de la expresión (1).

Cada una de las componentes de F_x , se describen a continuación:

F_x : es la fem corregida de la termocupla a calibrar.

F_{tr} : es la fem correspondiente a la temperatura de calibración solicitada, para el tipo de termocupla(s) a calibrar (de acuerdo al NIST Monograph 175 (ITS90)), su incertidumbre $U(F_{tr})$ se obtiene del promedio de las dispersiones de los valores de las temperaturas medidas con las termocuplas patrones.

$\delta 1$ es la corrección de la fem debida a la **Calibración de los patrones utilizados**, su incertidumbre **$U(\delta 1)$** se obtiene del certificado de calibración.

$\delta 2$ es la corrección de la fem debida a la **Inhomogeneidad del medio isoterma** (temperatura del horno), su incertidumbre **$U(\delta 2)$** se evalúa con las especificaciones del fabricante o con los resultados de la caracterización del horno utilizado.

$\delta 3$ es la corrección de la fem debida a la **Resolución del voltímetro para los termómetros patrones**, su incertidumbre **$U(\delta 3)$** se considera $\frac{1}{2}$ dígito de la resolución del voltímetro.

$\delta 4$ es la corrección de la fem debida a las **fems parásitas de los patrones**, obtenidas de los archivos generados del ítem 9, su incertidumbre **$U(\delta 4)$** se evalúa tomando en cuenta el máximo valor de las fem parásitas obtenidas.

$\delta 5$ es la corrección de la fem debida a la **deriva de los patrones** (obtenidas del histórico de las calibraciones), su incertidumbre **$U(\delta 5)$** se evalúa la deriva máxima para los patrones.

$\delta 6$ es la corrección de la fem debida al **Error de la junta fría de referencia** utilizada, su incertidumbre **$U(\delta 6)$** se evalúa con su certificado de calibración. Esta componente se considera nula en caso de que la termocupla venga provista de junta fría de referencia.

$\delta 7$ es la corrección de la fem debida a la **Exactitud del voltímetro para los termómetros patrones**, su incertidumbre **$U(\delta 7)$** se evalúa con las especificaciones del fabricante.

$\delta 8$ es la corrección de la fem debida a la **Inhomogeneidad de las termocuplas patrones**, su incertidumbre **$U(\delta 8)$** se evalúa con su certificado de calibración.

δC_x es la corrección de la fem debida a las **Correcciones de la termocupla**, obtenidas de los archivos generados del ítem 9, su incertidumbre **$U(\delta 9)$** se obtiene del promedio de las dispersiones de los valores obtenidos.

$\delta 9$ es la corrección de la fem debida a la **Repetibilidad de la termocupla a calibrar**, su incertidumbre **$U(\delta 10)$** se obtiene de la desviación estándar de las correcciones obtenidas.

$\delta 10$ es la corrección de la fem debida a la **Resolución del voltímetro para la termocupla a calibrar**, su incertidumbre **$U(\delta 11)$** se evalúa de igual forma que **$U(\delta 3)$** .

$\delta 11$ es la corrección de la fem debida a la **Exactitud del voltímetro para la termocupla a calibrar**, su incertidumbre **$U(\delta 12)$** se evalúa de igual forma que **$U(\delta 7)$** .

$\delta 12$ es la corrección de la fem debida a las **fems parásitas de la termocuplas a calibrar**, obtenidas de los archivos generados del ítem 9, su incertidumbre **$U(\delta 13)$** se evalúa tomando en cuenta el máximo valor de las fem parásitas obtenidas.

$\delta 13$ es la corrección de la temperatura debido a la Inhomogeneidad del termopar, su incertidumbre **$U(\delta 14)$** se considera el 20% del valor de la tolerancia de la Clase 2 para el tipo de termocupla, de acuerdo a la IEC 60584-2. Esta componente se considera nula para termómetros con otro tipo de sensor.

PEC09 : Agosto 2015

11. Ejemplos de Balance de incertidumbre

Tabla 1. Balance de incertidumbre para una termocupla tipo K

Fuente de incertidumbre	Símb	Valor estim	Tipo	Dis	Intervalo (±)		Fac	u _i	v _i	c _i	(c _i u _i) ²	W-S	%			
Fem de la TC a calibrar para una Temp	Ftr	43550,911	μV	A1	N			0,21	°C	32	38	μV/°C	6,3E+01	1E+02	9%	
Calibración de la referencia	51	0	°C	BN	N	1,000	°C	2,0	0,50	°C	50	38	μV/°C	3,7E+02	3E+03	53%
Inhomogeneidades del medio isoterma	52	0	°C	BR	R	0,250	°C	1,7	0,14	°C	50	38	μV/°C	3,1E+01	2E+01	4%
Resolución del voltímetro-referencia	53	0	μV	BR	R	0,005	μV	1,7	0,0029	μV	50	1	8,3E-06	1E-12	0%	
Fem's parasitas TC (patrones)	54	0	μV	BR	R	1,150	μV	1,7	0,66	μV	50	1	4,4E-01	4E-03	0%	
Deriva de la TC patrón	55	0	°C	BR	R	0,020	°C	1,7	0,01	°C	32	38	μV/°C	2,0E-01	6E-10	0%
Error de la Junta Fria	56	0	°C	BR	R	0,010	°C	1,7	0,0059	°C	50	38	μV/°C	5,1E-02	2E-15	0%
Exactitud del voltímetro-referencia	57	0	μV	BR	R	2,142	μV	1,7	1,24	μV	50	1	1,5E+00	5E-02	0%	
Inhomogeneidad de la termocupla ref	58	0	μV	BR	R	1,700	μV	1,7	0,98	μV	50	1	9,6E-01	2E-02	0%	
Corrección de la termocupla a calibrar	Cx	-39,693	μV	A1	N			8,28	μV	16	1		6,8E+01	3E+02	10%	
Repetibilidad de la termocupla	59	0	μV	A1	N			5,96	μV	16	1		3,5E+01	8E+01	5%	
Resolución del voltímetro-instrumento	810	0	μV	BR	R	0,010	μV	1,7	0,0058	μV	50	1	3,3E-05	2E-11	0%	
Exactitud del voltímetro-instrumento	811	0	μV	BR	R	2,142	μV	1,7	1,24	μV	50	1	1,5E+00	5E-02	0%	
Fem's parasitas TC (a calibrar)	812	0	μV	BR	R	1,150	μV	1,7	0,66	μV	50	1	4,4E-01	4E-03	0%	
Inhomogeneidad del termopar a calibrar	813	0	°C	BR	R	0,500	°C	1,7	2,9E-01	°C	4	38	μV/°C	1,2E+02	4E+03	18%
Fem medida	Fx	43590,603	μV		N	52,011	μV	2,0	26,321	μV	149				100%	

$$43590,603 \pm 52,011 \mu V$$

Tabla 1: Balance de incertidumbre para una termocupla tipo K, con un factor de cobertura $k=2$, que corresponde a un nivel aproximado de confianza del 95 %.

Tabla 2. Balance de incertidumbre para una termocupla tipo S

Fuente de incertidumbre	Símb	Valor estim	Tipo	Dis	Intervalo (±)	Fac	u _i		v _i	c _i		(c _i u _i) ²		%	
Fem de la TC a calibrar para una Temp	Ftr	10791,588	μV	A1	N		0,46	°C	32	12	μV/°C	3,0E+01		29%	
Calibración de la referencia	51	0	°C	BN	N	1,000	°C	2,0	0,50	°C	50	12	μV/°C	3,5E+01	33%
Inhomogeneidades del medio isoterma	52	0	°C	BR	R	0,250	°C	1,7	0,14	°C	50	12	μV/°C	2,9E+00	3%
Resolución del voltímetro-referencia	53	0	μV	BR	R	0,005	μV	1,7	0,0029	μV	50	1		8,3E-06	0%
Fem's parasitas TC (patrones)	54	0	μV	BR	R	1,150	μV	1,7	0,66	μV	50	1		4,4E-01	0%
Deriva de la TC patrón	55	0	°C	BR	R	0,020	°C	1,7	0,01	°C	32	12	μV/°C	1,4E-04	0%
Error de la Junta Fria	56	0	°C	BR	R	0,010	°C	1,7	0,0059	°C	50	12	μV/°C	3,5E-07	0%
Exactitud del voltímetro-referencia	57	0	μV	BR	R	0,832	μV	1,7	0,48	μV	50	1		2,3E-01	0%
Inhomogeneidad de la termocupla ref	58	0	μV	BR	R	1,700	μV	1,7	0,98	μV	50	1		9,6E-01	1%
Corrección de la termocupla a calibrar	Cx	11,900	μV	A1	N		5,48	μV	16	1		3,0E+01		29%	
Repetibilidad de la termocupla	59	0	μV	A1	N		0,62	μV	16	1		3,9E-01		0%	
Resolución del voltímetro-instrumento	810	0	μV	BR	R	0,01	μV	1,7	0,0058	μV	50	1		3,3E-05	0%
Exactitud del voltímetro-instrumento	811	0	μV	BR	R	0,83	μV	1,7	0,48	μV	50	1		2,3E-01	0%
Fem's parasitas TC (a calibrar)	812	0	μV	BR	R	1,15	μV	1,7	0,66	μV	50	1		4,4E-01	0%
Inhomogenedidad del termopar a calibrar	813	0	°C	BR	R	0,30	°C	1,7	1,7E-01	°C	4	12	μV/°C	4,2E+00	4%
Fem medida	Fx	10779,688	μV		N	20,327	μV	2,0	10,240	μV	97				100%

$$10779,688 \pm 20,327 \mu V$$

Tabla 2: Balance de incertidumbre para una termocupla tipo S, con un factor de cobertura $k=2$, que corresponde a un nivel aproximado de confianza del 95 %.

12. Confección del certificado de calibración

Además de lo establecido en el capítulo 9 del MC, en el certificado de calibración se informa:

- 12.1. Una breve descripción del método de calibración utilizado y/o la referencia al procedimiento (PEC) aplicado.
- 12.2. Una tabla con los valores de fem para las temperaturas de calibración solicitadas y sus respectivas incertidumbres.

13. Registro de la calidad

Se conservan registros manuscritos de las observaciones originales, copia de los certificados emitidos, como así también copia de la orden de trabajo, salida de elementos y demás documentación relacionada, de acuerdo con el Manual de la Calidad del INTI - Física y Metrología, Capítulo 11.

14. Apéndices y anexos

No Aplica.